

PAT-NO: JP404092865A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 04092865 A
TITLE: PRODUCTION OF ALUMINUM NITRIDE SINTERED COMPACT
PUBN-DATE: March 25, 1992

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
AKIYAMA, SUSUMU	
MIYATA, FUMISHIGE	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
IBIDEN CO LTD	N/A

APPL-NO: JP02207463
APPL-DATE: August 3, 1990

INT-CL (IPC): C04B035/58 , H01L023/522

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain an aluminum nitride sintered compact having excellent thermal conductivity and light permeability in a short time by heating and defatting a formed article consisting of aluminum powder and carbonaceous substance in an oxidizing atmosphere and then burning the defatted formed article under ordinary pressure.

CONSTITUTION: A raw material composition obtained by blending aluminum nitride powder with a carbonaceous substance is formed. Then the formed article is defatted in an oxidizing atmosphere at 300-600°C and burned at ordinary pressure to provide the aimed sintered compact. The main burning is carried out in a non-oxidizing atmosphere at 1600-1900°C for 1-10hr. When the formed article has flat sheet like shape, main burning is preferably carried out in a state of formed article held in a pair of retaining tools in order to prevent warp of formed article produced by high temperature heating exceeding 1000°C. According to the above-mentioned main burning, the raw material aluminum nitride is uniformly sintered without being badly affected by residual carbon, because residual carbon amount in formed article is remarkably reduced.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

⑫ 公開特許公報(A) 平4-92865

⑬ Int.Cl.⁵

C 04 B 35/58

H 01 L 23/522

識別記号

1 0 4 H

1 0 4 U

庁内整理番号

8821-4G

8821-4G

⑭ 公開 平成4年(1992)3月25日

6918-4M H 01 L 23/52

B

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 窒化アルミニウム焼結体の製造方法

⑯ 特 願 平2-207463

⑰ 出 願 平2(1990)8月3日

⑱ 発 明 者 秋 山 晋 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデン株式会社大垣北工場内

⑲ 発 明 者 宮 田 文 茂 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデン株式会社大垣北工場内

⑳ 出 願 人 イビデン株式会社 岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

㉑ 代 理 人 弁理士 恩田 博宣 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

窒化アルミニウム焼結体の製造方法

2. 特許請求の範囲

1 窒化アルミニウム粉末に炭素質物質を配合した原料組成物を成形してなる成形体を、酸化性雰囲気中にて300～600℃の温度で脱脂した後、常圧にて本焼成することを特徴とする窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は窒化アルミニウム焼結体の製造方法に関する。

[従来の技術]

従来、窒化アルミニウム焼結体は、窒化アルミニウムの原料粉末に炭素質バインダー及び分散溶媒を配合してなる原料組成物から所望形状の成形体を成形し、この成形体を窒素ガス等の非酸化性雰囲気中にて1300～1400℃の温度で脱脂した後、同じく非酸化性雰囲気中にて1750～

1900℃の温度で本焼成を施すことにより製造されていた。

[発明が解決しようとする課題]

特に、半導体の積層配線板等に使用される窒化アルミニウム焼結体の製造に際しては、タングステン等の導電性粒子からなる導体回路を同時焼成することが多く、かかる同時焼成に好都合な上記方法が広く行われている。

しかし、上記方法では炭素質物質を十分に除去することができず、得られた窒化アルミニウム焼結体には残留炭素量が比較的多く、それによって窒化アルミニウム本来の良好な熱伝導性が低下するという問題や、焼結体に色ムラを生じ透光性が低下するという問題があった。このような事態は、例えば半導体の積層配線基板として使用される窒化アルミニウム焼結体の商品価値を著しく低下させるものである。

また、上記方法は、脱脂に長大な時間を要し、生産効率が低いという問題があった。

本発明は上記事情に鑑みなされたものであり、

その目的は、成形体中の残留炭素を可能な限り取り除き、熱伝導性や透光性に優れた窒化アルミニウム焼結体をより短時間で製造することができる窒化アルミニウム焼結体の製造方法を提供することにある。

〔課題を解決するための手段及び作用〕

上記課題を解決するために本発明は、窒化アルミニウム粉末に炭素質物質を配合した原料組成物を成形してなる成形体を、酸化性雰囲気中にて300～600℃の温度で脱脂した後、常圧にて本焼成することにより、窒化アルミニウム焼結体を製造している。

この方法によれば、成形体を酸化性雰囲気中にて脱脂しているため、成形体に含有されている炭素質物質が燃焼して一酸化炭素又は二酸化炭素が生成される。これらはガス体として生成されるため、成形体中から容易に放出される。それ故、この脱脂によって炭素質物質の大部分が比較的短時間のうちに成形体から除去される。

前記成形体は、窒化アルミニウム粉末に炭素質

物質を配合した原料組成物を成形してなるものである。

前記炭素質物質とは、例えばアクリル系の有機樹脂バインダー等をいい、窒化アルミニウム粉末の結合剤として使用される全ての含炭素質物質をいう。また、前記原料組成物には必要に応じて、酸化イットリウム(Y₂O₃)等の焼結助剤、トルエン等の有機溶剤が配合される。

このようにして得られた成形体には乾燥後、脱脂が施される。ここで、脱脂は300～600℃の温度でなされる必要がある。

脱脂温度が300℃未満では、成形体中の炭素質物質を十分燃焼して除去することができない。一方、脱脂温度が600℃を超えると、原料窒化アルミニウムが酸化されると共に、この酸化物によるガラス相が形成されて、焼結体の強度及び熱伝導性を著しく低下させる。

脱脂時間は脱脂温度との関係で決定される。一般に、脱脂温度を300℃に設定した場合、12時間程度焼成することが好ましく、脱脂温度を6

00℃に設定した場合、2時間程度焼成することが好ましい。かかる時間脱脂を施すことにより、成形体中における遊離炭素の含有量を0.01%以下にすることができる。

脱脂後、成形体には本焼成が施される。本焼成は、非酸化性雰囲気下、1600～1900℃の温度で、1～10時間施される。

ここで、成形体が平板状である場合、1000℃を超える高温加熱によって成形体に反りが生ずることを防止するため、成形体を一對の保持具に挟持して本焼成を施すことが好ましい。

この保持具は、加熱されても窒化アルミニウムとの接着を生じない窒化ホウ素製であることが好ましいが、単に、成形体と保持具との境界に窒化ホウ素粉を介在させるだけでもよい。

前記脱脂によって、成形体中の残留炭素量が極力低減されているため、この本焼成では、残留炭素によって悪影響を及ぼされることなく、原料窒化アルミニウムが均一に焼結される。こうして得られた窒化アルミニウム焼結体は、熱伝導性に優

れると共に、透光性にも優れ、色ムラ等を呈することがない商品価値の高いものである。

尚、本発明は、タングステン等の導電性粒子を同時焼成する窒化アルミニウム基板の製造には適さない。その理由は、脱脂を酸化性雰囲気中に行うため、導電性粒子が酸化され、同時焼成基板のシート抵抗を著しく増大させることになるからである。

以下に、本発明を積層配線板の製造に使用する平板状の窒化アルミニウム焼結体に具体化した実施例1及び2並びに比較例について説明する。

〔実施例1〕

(成形体の作製)

純度99%、平均粒径が約1.1～1.5μmの窒化アルミニウム粉末100重量部に、平均粒径が2～3μmの酸化イットリウムを5重量部、並びにトルエン、エタノール及び酢酸エチルを適当量配合し、ボールミルにて12～60時間混練して原料組成物を調製した。この原料組成物からシートキャスト法によって平板状の成形体

(長さ80mm×幅80mm×厚さ1.0mm)を作製した。

(脱脂工程)

この成形体を焼成炉内に装入すると共に、焼成炉内に空気を循環させた状態で、常温から昇温速度 $2^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ にて 350°C まで昇温し、この温度を1時間保持した。その後、昇温速度 $10^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ にて 380°C まで昇温し、この温度を4時間保持して脱脂を施した。

この脱脂品の炭素含有率を測定したところ、その値は0.01重量%であった。また、この脱脂工程全体を通して要した時間は約12時間であった。

(本焼成工程)

次に、前記平板状の脱脂品を同じく平板状の一对の窒化ホウ素製保持具で挟持すると共に、この挟持物を窒化アルミニウム製のルツボに装入した。そして、このルツボごと焼成炉に装入し、窒素ガス雰囲気下、常温から昇温速度 $10^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ にて 1450°C にまで昇温し、この温度を4時間保持

焼成を施した。得られた焼結体の熱伝導率を測定したところ、その値は $180\sim 200\text{ W/mK}$ であった。また、この焼結体は透光性に優れ、色ムラも観察されなかった。

[比較例]

前記実施例1と同様にして成形体を作製した。そして、この成形体を一对のカーボン製の保持具に挟持すると共に、この挟持物をカーボン製のルツボに装入し、このルツボごと焼成炉に装入した。そして、窒素ガス雰囲気下、下記4段階の加熱工程を経て、前記成形体に脱脂を施した。

- 1) 常温から昇温速度 $2^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ にて 150°C まで昇温する乾燥工程。
- 2) 150°C から昇温速度 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ にて 350°C まで昇温し、この温度を10時間保持する加熱工程。
- 3) 350°C から昇温速度 $2^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ にて 850°C まで昇温し、この温度を5時間保持する加熱工程。
- 4) 850°C から昇温速度 $3^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ にて 1350°C まで昇温し、この温度を4時間保持する加熱工程。

した。その後、この温度から昇温速度 $10^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ にて 1850°C にまで昇温し、この温度で6時間焼成を施した。尚、この本焼成工程全体を通して要した時間は約24時間であった。

得られた焼結体の熱伝導率を測定したところ、その値は $180\sim 200\text{ W/mK}$ であった。また、この焼結体は透光性に優れ、色ムラも観察されなかった。

[実施例2]

前記実施例1と同様にして成形体を作製した。そして、この成形体を焼成炉内に装入すると共に、焼成炉内に空気を循環させた状態で、常温から昇温速度 $2^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ にて 350°C まで昇温し、この温度を1時間保持した。その後、昇温速度 $10^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ にて 550°C まで昇温し、この温度を2時間保持して脱脂を施した。

この脱脂品の炭素含有率を測定したところ、その値は0.01重量%であった。尚、この脱脂工程全体を通して要した時間は約12時間であった。

この脱脂品に対し前記実施例1と同様にして本

0°C まで昇温し、この温度を4時間保持する加熱工程。

このようにして得られた仮焼成品の炭素含有率は0.10重量%であった。尚、この脱脂工程全体を通して要した時間は約48時間であった。

この仮焼成品に前記実施例1と同様にして本焼成を施した。得られた焼結体の熱伝導率を測定したところ、その値は 100 W/mK という低いものであった。また、この焼結体は透光性がやや悪く、色ムラが観察された。

[発明の効果]

以上詳述したように本発明によれば、成形体中の残留炭素質を可能な限り取り除き、熱伝導性及び透光性に優れた窒化アルミニウム焼結体を製造することができる。また、従来よりも窒化アルミニウム焼結体の製造時間を短縮することができるという優れた効果を奏する。

特許出願人 イビデン 株式会社

代理人 弁理士 恩田博宣(ほか1名)